

AN 1978:565053 CAPLUS  
DN 89:165053  
ED Entered STN: 12 May 1984  
TI Powder coating compositions  
IN Ooka, Masataka; Yamada, Mitsuko; Shoji, Akio; Murakami, Yoichi  
PA Dainippon Ink and Chemicals, Inc., Japan  
SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 4 pp.  
CODEN: JKXXAF

DT Patent  
LA Japanese  
IC C09D003-72  
CC 42-9 (Coatings, Inks, and Related Products)  
Section cross-reference(s): 55

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 53058536	A2	19780526	JP 1976-133248	19761108 <--
	JP 56005470	B4	19810205		
PRAI	JP 1976-133248	A	19761108		

CLASS

PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
JP 53058536	IC	C09D003-72
	IPCI	C09D0003-72; C08G0018-80; C08G0018-00 [C*]; C09D0005-00
	IPCR	C08G0018-00 [I,C*]; C08G0018-80 [I,A]; C09D0005-00 [I,A]; C09D0005-00 [I,C*]

AB Powder coating compns. contained polyester (OH value 10-100, acid value <20, number average mol. weight 1000-10,000) 50-95, polyester (acid value 30-300, number av.mol. weight 500-10,000) 0.5-30, blocked isocyanate 3-40, and epoxy compound 0.5-20%. (For example) a dry-blended composition from 72:926:120:790:855:24:89 bis(2-hydroxyethyl) terephthalate-di-Me terephthalate-1,6-hexanediol-isophthalic acid-neopentyl glycol-propylene glycol-trimethylolpropane copolymer [67847-41-0] (OH value 68, acid value 8, mol. weight 1800) (70) 1114:650:114:100 bis(2-hydroxyethyl) terephthalate-isophthalic acid-neopentyl glycol-trimellitic anhydride copolymer [67881-36-1] (acid value 151, mol. weight 1500) 5, ε-caprolactam-blocked isophosone diisocyanate (30), triglycidyl isocyanurate (2), Modaflow 1, and TiO<sub>2</sub> 43 parts was electrostatically coated on steel, and baked at 200° for 20 min to give a 60-μ coating with excellent covering on edges.

ST powder coating polyester; isocyanate blocked powder coating; caprolactam blocked isocyanate coating

IT Coating materials

(powder, polyesters, containing blocked diisocyanates)

IT 67847-41-0 67881-36-1

RL: USES (Uses)

(powder coatings, containing blocked diisocyanates)

DERWENT-ACC-NO: 1978-48440A

DERWENT-WEEK: 197827

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Resin compsn. for powder paint coating compsns.- contg.  
specified polyester resins, blocked poly:isocyanate and  
epoxy! resin

PATENT-ASSIGNEE: DAINIPPON INK & CHEM KK[DNIN]

PRIORITY-DATA: 1976JP-0133248 (November 8, 1976)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAINIPC
<u>JP 53058536 A</u>	May 26, 1978	N/A	000	N/A
JP 81005470 B	February 5, 1981	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): C08G018/80, C09D003/72 , C09D005/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 53058536A

BASIC-ABSTRACT:

Resin compsn. comprises (1) 50-95 wt.% polyester resin with hydroxyl value 10-100 KOH mg/g, acid value <20 KOH mg/g and number average mol.wt. 1000-10000, (2) 0.5-30 wt.% polyester resin with acid value 30-300 KOH mg/g and number average mol.wt. 500-10000, which has >2 carboxyl groups on average per mol., (3) 3-40 wt.% blocked polyisocyanate and (4) 0.5-20 wt.% epoxy resin.

Compsn. has excellent edge part coating properties.

TITLE-TERMS: RESIN COMPOSITION POWDER PAINT COATING COMPOSITION CONTAIN  
SPECIFIED POLYESTER RESIN BLOCK POLY ISOCYANATE POLYEPOXIDE RESIN

DERWENT-CLASS: A23 A82 G02

CPI-CODES: A05-A01B; A05-G02; A07-A03; A12-B01K; A12-B01L; A12-S09; G02-A02G;  
G02-A02H;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0020 0037 0218 023 1282 1288 1296 1313 1758 2020 2072 2299 2542  
2585 2667 2718 2792

Multipunch Codes: 011 04 040 075 143 150 169 209 226 231 239 298 311 341 393  
473 477 479 575 583 589 604 608 656 684

PAT-NO: JP353058536A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 53058536 A  
TITLE: RESIN COMPOSITION FOR POWDER COATING  
PUBN-DATE: May 26, 1978

INVENTOR-INFORMATION:

NAME  
OOKA, MASATAKA  
YAMADA, MITSUKO  
SHOJI, AKIO  
MURAKAMI, YOICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
DAINIPPON INK & CHEM INC	N/A

APPL-NO: JP51133248

APPL-DATE: November 8, 1976

INT-CL (IPC): C09D003/72, C08G018/80 , C09D005/00

US-CL-CURRENT: 525/377

ABSTRACT:

PURPOSE: A resin composition that is composed of two kinds of polyesters bearing a lot of hydroxyl or carboxyl groups, a blocked polyisocyanate, and an epoxy resin, thus showing outstanding covering properties at edge parts and good coating film-forming characteristics.

COPYRIGHT: (C)1978,JPO&Japio

⑩日本国特許庁

⑪特許出願公開

公開特許公報

昭53—58536

⑫Int. Cl. <sup>2</sup>	識別記号	⑬日本分類	庁内整理番号	⑭公開	昭和53年(1978)5月26日
C 09 D 3/72		24(3) B 814	6737—48		
C 08 G 18/80		24(3) C 04	7016—48	発明の数	1
C 09 D 5/00		26(5) G 111.1	7160—45	審査請求	未請求

(全 4 頁)

⑮粉体塗料用樹脂組成物

大阪府泉南郡阪南町鳥取871—13

⑯特 願 昭51—133248

⑰発 明 者 村上陽一

⑱出 願 昭51(1976)11月8日

大阪府泉南郡熊取町大久保920—110

⑲発 明 者 大岡正隆

⑳出 願 人 大日本インキ化学工業株式会社  
東京都板橋区坂下三丁目35番58号

奈良市登美ヶ丘6—11—4

同 山田光子

和泉市鶴山台2—10—38

同 東海林章夫

明 細 書

1 発 明 の 名 称

粉体塗料用樹脂組成物

2 特許請求の範囲

(1) 水酸基価10～100 KOH mg/g、酸価20 KOH mg/g以下、数平均分子量1000～10000 のポリエステル樹脂50～95重量%、(2) 酸価50～300 KOH mg/g、数平均分子量500～10000 で分子当り平均2個以上のカルボキシル基を有するポリエステル樹脂0.5～30重量%、(3) ブロックポリイソシアネート3～40重量%及び(4) エポキシ樹脂0.5～20重量%から成る粉体塗料用樹脂組成物。

3 発明の詳細な説明

本発明は、エッジ部分の被覆性が良好であると共に優れた塗膜を形成する粉体塗料用樹脂組成物に関するものである。

る。

ブロック化ポリイソシアネートを硬化剤とするポリエステル樹脂粉体塗料は、周知の如く、エッジ部分の被覆性に劣っている。そのためチキソトロピー性付与剤或いは大量の充填剤を用いることが考えられたが、エッジ部分の被覆性改良が不充分であるばかりか、ポリエステル樹脂粉体塗料本来の優れた塗膜性能が低下する欠点がある。そこで従来は、エッジ部分の被覆性不良を補う目的で、予かじめ錆止め塗料を下塗りすることが行なわれていたが、作業が複雑であつた。

本発明は、かかる欠点を改善したもので、(1) 水酸基が豊富なポリエステル樹脂50～95重量% (以後%で示す)、

(2) カルボキシル基が豊富なポリエステル樹脂0.5～30

%, (3) ブロックポリイソシアネート3～40%及び

(4) エポキシ樹脂0.5～20%から成る粉体塗料用樹脂

組成物に関するものである。

本発明で使用する水酸基が豊富なポリエステル樹脂は、主としてブロックポリイソシアネートと反応する成分である。かかるポリエステル樹脂の水酸基価は10~100 KOH<sub>eq</sub>/g (以後単位を省略する) 好ましくは20~80 であり、酸価は20 KOH<sub>eq</sub>/g (以後単位を省略する) 以下好ましくは15以下である。またその数平均分子量は1000~10000 好ましくは2000~6000 の範囲である。また軟化点は、後記のポリエステル樹脂と共に、80~130℃好ましくは90~120℃が適当である。

また、カルボキシル基が豊富なポリエステル樹脂は、分子当たり平均2個以上、好ましくは3個以上のカルボキシル基を有しており、主としてエポキシ樹脂と反応するが、水酸基が存在していれば、ブロックポリイソシアネートの解離イソシアネート基とも反応する成分である。このポリエ

リスリトール、水添ビスフェノールA、ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート等がある。これらカルボン酸或いはアルコールの一部を、1,2-ヒドロオキシ安息香酸の如きオキシ酸に置きかえて使用することもできる。

ブロックポリイソシアネートは、ブロック解離により遊離イソシアネート基を生成してポリエステル樹脂中の水酸基と反応するし、またポリエステル樹脂のカルボキシル基とエポキシ樹脂のエポキシ基との間の反応により生成する水酸基とも反応する。このようにブロックイソシアネートは、ポリイソシアネートまたはそれと多価アルコールとの付加物にブロック剤を反応させて遊離イソシアネート基をブロックしたものである。そしてポリイソシアネートの例には、イソホロンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、リジンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート等があり、

特開昭53- 58536(2)

ステル樹脂の酸価は30~300 好ましくは50~250

であり、水酸基価については特に制限はなく、水酸基が残らなくても良いが、多くともポリエステル樹脂の合計水酸基量の半分以上を越さない量で水酸基価50以下が適当である。またその数平均分子量は、500~10000 好ましくは1000~6000 である。

これらポリエステル樹脂は、カルボン酸とアルコールとを周知方法で反応させることにより得ることができる。使用できるカルボン酸には例えばテレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、これら酸の低級アルキルエステル、トリメチロキソ酸、ヒュウ外酸、イソジン酸、スベリン酸、セバシン酸、リット酸、ドデカニ酸、ドデシニル無水コハク酸、ダイマー酸、テトラヒドロフタル酸等があるし、またアルコールには例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,6-ヘキサジオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペンタエ

多価アルコールの例にはトリメチロールプロパン、グリセリン、エチレングリコール等があり、またブロック剤の例にはメタノール、エタノール、ε-カプロラクタム、2-ピロリドン、アセトキシム、フェノール等がある。これらブロックポリイソシアネートの使用量は既述の如く3~40%であるが、より好ましくは5~30%の範囲である。

また、エポキシ樹脂は、ポリエステル樹脂中のカルボキシル基と反応する成分であつて、1分子当たり平均2個以上のエポキシ基を有するものである。かかるエポキシ樹脂の例には、トリグリシジルイソシアネート、ビスフェノール型エポキシ樹脂、水添ビスフェノール型エポキシ樹脂、エステル型エポキシ樹脂等がある。これらエポキシ樹脂の使用量は既述の如く0.5~20%であるが、より好ましくは1~10%の範囲である。

かくして成る本発明組成物に顔料その他の充てり剤、流動

調整剤、場合によつては触媒その他の添加剤を配合して、押出機等により混練後、微粉砕して粉体塗料にする。使用できる触媒の例には有機錐化合物、第三級アミン等があり、また流動調整剤その他の添加剤の例にはアクリル系重合体、シリコン化合物、フッ素系化合物等がある。得られた粉体塗料を基材に塗布し、150℃以上好ましくは160℃～220℃で焼付けることにより耐性能に優れた硬化塗膜が得られる。

以下に本発明を実施例に従つて説明するが、文中の部は重量部を示す。

#### ポリエステル樹脂Ⅰの合成

プロピレングリコール24部、1,6-ヘキサジオール120部、ネオペンテルグリコール855部、ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート72部、ジメチルテレフタレート926部、酢酸亜鉛0.7部を加熱して、メタノール

ジブチルチンオキサイド15部を加熱して、メタノールを除去しながら160℃から220℃迄徐々に昇温したのち、同温度に6時間保持してから、無水トリメリット酸100部を加え、更に同温度に1時間保持して、数平均分子量1500、軟化点94℃、酸価151、水酸基価なし、分子当りの平均カルボキシル基数4個のポリエステル樹脂Ⅰを得た。

#### ポリエステル樹脂Ⅱの合成

プロピレングリコール297部、エチレングリコール242部、ジメチルテレフタレート1364部、酢酸亜鉛1部を加熱して、メタノールを除去しながら160℃から210℃迄徐々に昇温したのち、無水トリメリット酸210部を加え同温度に1時間保持して、数平均分子量2400、軟化点90℃、酸価82、水酸基価12、分子当りの平均カルボキシル基数3.5個のポリエステル樹脂Ⅱを得た。

ルを除去しながら160℃から220℃迄徐々に昇温した

のち、イソフタル酸790部、トリメチロールプロパン89部を加えて更に240℃で12時間加熱して、水酸基価68、酸価8、軟化点104℃、数平均分子量1800のポリエステル樹脂Ⅲを得た。

#### ポリエステル樹脂Ⅳの合成

ポリエステル樹脂Ⅰの合成と同様にして、エチレングリコール218部、ネオペンテルグリコール158部、ジメチルテレフタレート467部、トリメチロールプロパン21部、テレフタル酸393部を使用して水酸基価34、酸価6、軟化点115℃、数平均分子量4400のポリエステル樹脂Ⅳを得た。

#### ポリエステル樹脂Ⅴの合成

ネオペンテルグリコール114部、ビス-2-ヒドロキシエチルテレフタレート1114部、イソフタル酸650部、

#### 実施例

第1表に示す各成分(使用量は部単位である)をドライブレンドした次、ブス社製のコーンダーPR46にて混練してから200メッシュ金網を通して白色塗料を得た。この粉体塗料を静電吹付法によりリン酸亜鉛処理鉄板(厚さ2mm、縦150mm、横70mm)に塗布し、200℃で20分間焼付けた。膜厚約60ミクロンにおける塗膜性能は第1表に示す通りであつた。

第 1 表

特開 昭53- 58536(4)

	実施例 1	実施例 2	実施例 3
ポリエステル樹脂 I	70		
" II		85	85
" III	5		5
" IV		4	
クレラン U I 1)	30		15
アダクト B 1065 2)		15	
トリグリシジルイソシアネート	2		2
エピクロン 4050 3)		6	
モダフロー 4)	1	1	1
酸化チタン	43	43	43
平滑性	良好	同 左	同 左
60° 反射光沢	98	98	96
エリクセン	> 7	> 7	> 7
耐衝撃性 500g×cm	30	50	50
密着性 5)	100/100	100/100	100/100
エッジ被覆性・目視	良好	極めて良好	同 左
耐湿 200 時間後の錆 6)	なし	同 左	"
塩水噴霧 " 7)	なし	"	"

1) バイエル社製、イソホロンジイソシアネート付加物の

ε-カプロラクタムブロック化物、ブロックイソシアネート基含量 11.5%、

2) フェバ・ヘミー社製、イソホロンジイソシアネート付加物のブロック化物、ブロックイソシアネート基含量 10.5%、

3) 大日本インキ化学工業株式会社製、ビスフェノール型ジエポキシド、数平均分子量約 2000、

4) モンサント社製、アクリル系重合体の流動調整剤、

5) 1m 巾に紙張 11 本のカットを入れ、セロハンテープを貼着し剥離した後も残るマス目の数

6) 50℃ 湿度 98% におけるエッジ部からの錆の発生程度

7) 35℃、5% 塩水噴霧後における

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**